

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-348198

(43) 公開日 平成4年(1992)12月3日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 D 11/00		7614-4H		
1/28		7614-4H		
3/60				
17/06		7614-4H		
// (C 1 1 D 3/60				

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平3-151134	(71) 出願人	000006769 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号
(22) 出願日	平成3年(1991)5月27日	(72) 発明者	福留 信一 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内
		(72) 発明者	原 昇 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内
		(72) 発明者	永合 一雄 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 小島 隆司
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高嵩密度洗剤組成物の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩を主活性剤として含有する高品質な高嵩密度洗剤組成物の製造方法を提供する。

【構成】 (1) α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩と、(2) ゼオライトと、(3) 硫酸ナトリウムとを重量比で (1) / (2) = 1 / 0.5 ~ 1 / 5 の範囲で (1) / (3) = 1 / 0.3 ~ 1 / 3 の範囲で含み、かつ、全固形分の70重量%以上が前記(1)、(2)及び(3)成分からなる液性がpH10以下の水性スラリーを噴霧乾燥した後、得られた噴霧乾燥粉体をアルカリビルダー及びバインダー成分とニーダーにて圧密捏和し、次いで該圧密体を破碎造粒する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩を主活性剤とする嵩密度0.5g/cc以上の高嵩密度洗剤組成物を製造する方法において、

(1) α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩と、(2)ゼオライトと、(3)硫酸ナトリウムとを重量比で(1)/(2)=1/0.5~1/5、

(1)/(3)=1/0.3~1/3の範囲で含み、かつ、全固形分の70重量%以上が前記(1)、(2)及び(3)成分からなる液性がpH10以下の水性スラリーを噴霧乾燥した後、得られた噴霧乾燥粉体をアルカリビルダー及びバインダー成分とニーダーにて圧密捏和し、次いで該圧密体を破碎造粒することを特徴とする高嵩密度洗剤組成物の製造方法。

【請求項2】 請求項1記載の製造方法において、噴霧乾燥粉体を炭酸カリウムの存在下に他のアルカリビルダー及びバインダー成分とニーダーにて圧密捏和し、次いで該圧密体を破碎造粒する高嵩密度洗剤組成物の製造方法。

【請求項3】 請求項1又は2記載の製造方法において、バインダー成分としてアニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、水溶性高分子物質及び水から選ばれる1種以上の化合物を使用する高嵩密度洗剤組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩を主活性剤として含有する高品質な高嵩密度洗剤組成物を工業的に有利に製造することができる高嵩密度洗剤組成物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、高嵩密度洗剤組成物は少ない洗剤使用量で衣料等を洗浄することができ、しかも輸送性、保管・陳列性等の面でも優れていることから消費者の要望を充分満足するものとして注目されている。また、この高嵩密度洗剤組成物は、通常洗剤原料を捏和・混合し、解砕、造粒するなどして製造され、製造方法として例えば特開昭61-69897号公報、特開平1-318097号、同2-14297号、同2-29500号、同2-86700号、同2-173099号、同2-245100号、同2-286799号、同2-38497号、同2-145699号、同2-169696号、同2-232299号、同2-232300号、同3-33199号公報等に種々の方法が提案されているが、これらの方法の中で界面活性剤とビルダーを含有する洗剤の噴霧乾燥生成物を圧密化処理した後、高速で回転するナイフカッターにより衝撃と剪断力で解砕する形式の破碎造粒機により表面改質剤の存在下に造粒処理を行う方法（特開昭61

-69899号公報）、堅型の混合槽の内部に垂直な攪拌軸を持ち、この軸に攪拌羽根を取り付けて粉末の混合を行う形式のミキサーによって、界面活性剤とビルダーを含有する洗剤の噴霧乾燥生成物を表面改質剤とバインダーの存在下に攪拌造粒処理する方法（特開昭61-69897号公報）、界面活性剤とビルダーを含有する洗剤の噴霧乾燥生成物を粉碎した後、堅型の混合槽の内部に底部より突き出した攪拌軸を持ち、この軸に攪拌羽根を取り付けて粉末の混合を行う形式のミキサーによって、表面改質剤とバインダーの存在下に攪拌造粒処理を行う方法（特開昭61-69898号公報）、更に横型の混合槽を用いる方法（特開昭61-69900号公報）などが有用とされている。

【0003】一方、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの水溶性塩（脂肪酸低級アルキルエステルのスルホン酸塩）は洗浄力、特に耐硬水性に優れた界面活性剤であり、これを配合した高嵩密度洗剤組成物が特開昭62-597号公報、特開平2-103294号公報等に提案されている。

【0004】しかし、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの水溶性塩を含有する高嵩密度洗剤組成物は、製造時にこの α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩がアルカリと接触すると加水分解して α -スルホ脂肪酸ジナトリウム塩が副生するため、性能が劣化し易い。更に、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの水溶性塩、ビルダー等の原料を噴霧乾燥すると粉体物性、例えば安息角、凝集性などが劣化し易く、噴霧乾燥時に乾燥塔内などで粉体間凝集が起こって洗剤粒子の粒径、水分等にむらが生じたり、破碎機等の装置へ乾燥粉体が付着して製造時のハンドリング性が悪くなり、収率が低下するという問題がある。このため、上述した従来の方法では α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの水溶性塩を含有する高品質な高嵩密度洗剤組成物を工業的に有利に製造することは困難であり、上記問題のない高嵩密度洗剤組成物の製造方法の開発が望まれる。

【0005】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は、上記事情に鑑み、高嵩密度洗剤組成物の製造方法について鋭意検討を重ねた結果、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩を主活性剤とする嵩密度0.5g/cc以上の高嵩密度洗剤組成物を製造する方法において、(1) α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩と、(2)ゼオライトと、(3)硫酸ナトリウムとを重量比で(1)/(2)=1/0.5~1/5、(1)/(3)=1/0.3~1/3の範囲で含み、かつ、全固形分の70重量%以上が前記(1)、(2)及び(3)成分からなる液性がpH10以下の水性スラリーを噴霧乾燥した後、得られた噴霧乾燥粉体をアルカリビルダー及びバインダー成分とニーダーにて圧密捏和し、次いで該圧密体を破碎造粒することにより、上述し

3

た製造時の問題が解決されて α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩を主活性剤として含有する高品質な高嵩密度洗剤組成物を生産効率良く高収率で製造できることを見出した。

【0006】即ち、本発明では、噴霧乾燥粉体原料として α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩にゼオライト及び硫酸ナトリウムを併用し、これら3成分を上記割合で配合すると、粉体原料の噴霧乾燥が十分に
10 行われて低凝集性等の満足な物性を有する乾燥粉体を得ることができる上、上記3成分含有の水性スラリーの液性をpH10以下に調整し、かつ、噴霧乾燥後にアルカリビルダーを添加することにより、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩の加水分解が可及的に防止され、それ故、 α -スルホ脂肪酸ジナトリウム塩の副生がほとんどなく、洗剤組成物の性能が劣化することがほとんどないものである。

【0007】また、本発明者は、上記方法において、噴霧乾燥粉体を炭酸カリウムの存在下に他のアルカリビルダー及びバインダー成分とニードーにて圧密捏和すると、捏和物の水分が安定化し、粉碎機等への付着が少なくな
20 って製造時のハンドリング性が改善され、溶解残渣及び固化性の良好な高嵩密度洗剤組成物が得られること、更に、バインダー成分としてアニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、水溶性高分子物質及び水から選ばれる1種以上の化合物を使用すると製造時のハンドリング性がより改善されて収率が更に向上することも見出し、本発明をなすに至ったものである。

【0008】以下、本発明につき更に詳細に説明すると、本発明の高嵩密度洗剤組成物は、主活性剤として
30 (1) α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩、(2) ゼオライト、(3) 硫酸ナトリウム、(4) アルカリビルダー、(5) バインダー成分等を配合してなるものである。

【0009】ここで、(1)成分の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩としては、脂肪酸残基の炭素数が8~22、特に10~18の脂肪酸低級アルキルエステルのスルホン酸塩が好ましく使用され、中でも下記一般式(1)で示されるものが好適に使用される。

【0010】

【化1】



(但し、式中 R^1 は炭素数8~22のアルキル基、 R^2 は炭素数1~3の低級アルキル基であり、Mは水素原子又はアルカリ金属原子である。)

【0011】このような(1)式の α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの水溶性塩としては、具体的に天然の硬化脂肪酸及び脂肪酸混合物から製造されるスルホ脂肪酸
50

4

エステルのナトリウム塩、例えばステアリン酸メチルエステル、パルミチン酸エチルエステル、水素添加パーム核脂肪酸メチルエステル又は水素添加した獣脂脂肪酸メチルエステルの α -スルホン酸ナトリウム塩を使用するのが有利である。なお、この α -スルホ脂肪酸エステル塩は一般に従属する量で α -スルホ脂肪酸二塩を含み、これは工業的後処理、例えば H_2O_2 での漂白又は中和に際してエステル結合の加水分解により生じ得る。この二塩は工業的生成物の場合通常3~10重量%の量で含まれるが、これにより生成物の作用効果が損なわれることはない。

【0012】また、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩として下記の(イ)、(ロ)の如き特定炭素数のものを(イ)/(ロ)=1/9~6/4、特に2/8~5/5の重量比で併用配合することが洗剤組成物の溶解性の点から好ましい。

(イ) 脂肪酸残基の炭素数が12~14のもの

(ロ) 脂肪酸残基の炭素数が16~18のもの

【0013】本発明の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその塩の製造方法としては公知の方法を採用し得るが、この場合出発原料となる α -脂肪酸エステルは、典型的には、一般式 $\text{RCH}_2\text{COOR}'$ (式中、Rは炭素数10~20の直鎖又は分岐のアルキル基を示し、 R' は炭素数1~6の直鎖又は分岐のアルキル基を示す。)で表わされるものであって、好ましくは、Rの炭素数が12~18で、 R' の炭素数が1~3である。

【0014】 α -脂肪酸エステルのスルホン化は、例えば特開昭58-157763号公報に記載された方法により、スルホン化剤、例えば不活性ガスで希釈した無水硫酸を1~2のモル比で用いて、通常50~100℃の温度で行なうことができる。スルホン化方法としては薄膜式スルホン化方法、槽型スルホン化方法などのいずれの方法も採用できる。

【0015】なお、スルホン化物は、熟成されてスルホン化が完結するが、この熟成は50~100℃で5~120分攪拌して行なうのが好ましい。

【0016】このようにして得られた α -スルホ脂肪酸アルキルエステルは、次いで特開昭50-77317号公報、同59-25369号公報、同59-16870号公報に記載された方法などにより漂白することができる。漂白は、まず、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステルとアルコールとを混合し、双方が均一に混合された後、速やかに過酸化水素を添加することにより行なうことができる。この場合、アルコール添加量は、 α -スルホ脂肪酸エステル100重量部に対し、好ましくは5~30重量部であり、より好ましくは10~20重量部である。この量が5重量部に満たないと漂白効果が十分でない場合があり、30重量部を越えたと得られる α -スルホ脂肪酸アルキルエステルの純度低下の原因となる場合が生じる。なお、アルコールとしては炭素数1~6のも

のが好ましく用いられ、具体的にはメタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ブタノールが例示できる。これらのアルコールは、水の含量が少なく、純度95重量%以上のものを用いることが好ましい。

【0017】アルコールを添加、攪拌して均一に混合した後に H_2O_2 を添加して漂白するが、 H_2O_2 の添加量は、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル100重量部に対して好ましくは0.2~10重量部、より好ましくは1~5重量部である。この量が0.2重量部未満では漂白効果が十分ではない場合があり、10重量部を越えても漂白効果は変わらず、経済的メリットが生じ難い。

【0018】漂白温度は50~100℃が好ましく、この温度で漂白を行えば、5~120分で漂白を完了させることができる。50℃より低いと漂白に長時間を要し、一方、100℃より高いと、漂白処理後に色調の戻り現象が起きて色調が劣化する場合がある。

【0019】このようにして淡色な α -スルホ脂肪酸アルキルエステルが得られ、これを特開昭57-7462号公報等の方法によりアルカリ水溶液で中和すれば、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩を得ることができる。

【0020】(1)成分の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩の配合量は、洗剤組成物全体の5~30% (重量%、以下同様)、特に8~25%とすることが好ましい。配合量が5%に満たないと十分な洗浄力が得られない場合があり、30%を超えると製造が困難になる場合がある。

【0021】本発明では、上記 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩以外にその他の活性剤としてLAS、AOS、AES、AS、石鹼等の界面活性剤を(2)、(3)成分と共に添加して噴霧乾燥粉体を調製することができる。なお、その他の活性剤の添加量は本発明の効果を妨げない範囲で通常量とすることができる。

【0022】次いで、(2)成分のゼオライトとしては、例えばA型、X型又は無定型合成ゼオライトとして市販されているものを用いることができる。その含有量は好ましくは5~35%、より好ましくは10~25%の範囲である。このゼオライトの含有量が5%未満では製造時における粉体物性が劣り、その上満足しうる洗浄力が得られない場合があり、また35%を越えると被洗物にゼオライト粒子が付着するおそれが生じる。

【0023】更に、(3)成分の硫酸ナトリウムは、後述するように α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩及びゼオライトに加えて配合するものである。

【0024】また、アルカリビルダーとしては、公知のもの、例えば珪酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸カリウムナトリウム、セスキ炭酸ナトリウム、粉末珪酸ナトリウム等を使

用することができ、特に炭酸塩が好ましく使用される。

【0025】バインダー成分も公知のものを使用でき、例えばAOS、AS、AES、LAS、ポリエチレングリコール、ポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロース、ポリアクリル酸塩、グリセリン、エチレングリコール、プロピレングリコール、珪酸ナトリウムなどが例示されるが、特にアニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、水溶性高分子物質及び水から選ばれる1種以上の化合物が好適に用いられる。

【0026】更に、上記成分以外にその他の任意成分として、酵素、香料、漂白剤などを本発明の効果を妨げない範囲で配合することができる。

【0027】本発明の製造方法では、 α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩を主活性剤として含有する嵩密度0.5g/cc以上の高嵩密度洗剤組成物を製造する際、まず(1) α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩、(2)ゼオライト、(3)硫酸ナトリウムを含む水性スラリーを噴霧乾燥させ、噴霧乾燥粉体を調製する。このように α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩及びゼオライトに加えて硫酸ナトリウムを添加すると、これらの粉体粒子が噴霧乾燥時に膨らんでその表面積が増大し、乾燥効率が良くなる。更に、乾燥粒子の膨らみが大きく、嵩密度が軽くなるため、乾燥粉体(ベース粉)を洗剤組成物中に混合して嵩密度のコントロールを行う際、ベース粉の混合量が少なく済むので、ベース粉の多量配合時に生じる発塵性の増大、固化性の劣化、外観の悪化等を防止することもできる。また、洗剤組成物は α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩の含有量が多くなると乾燥粉の凝集が生じ、ひどい場合は一部未乾燥粉が塔下より排出されることもあり、それ故、乾燥効率の低下を招くのみならずベース粉混合時に悪影響を与えるが、上述したように硫酸ナトリウムを添加すると上記乾燥効率の向上と同時に乾燥粉同士の付着をも防止し得、従って、乾燥粉体の物性を改善し得るものである。

【0028】ここで、水性スラリーには上記(1)成分に対して(2)、(3)成分を重量比で(1)/(2)=1/0.5~1/5、好ましくは1/0.6~1/3の範囲で、かつ、(1)/(3)=1/0.3~1/3、好ましくは1/0.4~1/2の範囲で配合する。

(2)及び(3)成分の配合量に比べて(1)成分の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩の配合量が多くなり過ぎると噴霧乾燥粒子の粉体物性が劣化したり、噴霧乾燥時に乾燥粒子の凝集が生じる。また、

(1)成分の配合量に比べて(2)成分のゼオライト配合量又は(3)成分の硫酸ナトリウムの配合量が多くなり過ぎると洗剤組成物中の α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩の含有量を高くすることができず、かつ、乾燥塔などの装置への負荷が大きくなり、経済的に不利である。従って、(1)~(3)成分の配合

比が上記範囲を外れると本発明の目的を達成することができない。

【0029】更に、上記(1)～(3)成分は、固形分の70%以上、好ましくは80%以上が上記(1)～(3)成分となるように配合して水性スラリーとして調製されるものである。この場合、固形分の残部としては、他の界面活性剤、蛍光剤、亜硫酸ナトリウム、ポリアクリル酸やクエン酸等のキレートビルダーなどが配合される。

【0030】また、この水性スラリーは通常の方法で調製することができるが、その液性をpH10以下、好ましくは9以下に調整する必要がある、pHが10を超えると α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩が分解して洗剤組成物の性能が劣化する。なお、水性スラリーの液性は通常の方法でpH調整することができ、例えば硫酸、クエン酸、ポリアクリル酸、アルキルベンゼンスルホン酸等の無機、有機酸や、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、珪酸ナトリウム、炭酸ナトリウム、亜硫酸ナトリウム、炭酸カリウム等のアルカリを添加して調整することが可能である。なおまた、水性スラ

リーは液性をpH10以下に保てる範囲で噴霧乾燥原料として少量のアルカリ原料、例えば炭酸塩、珪酸塩等を添加することは乾燥粉の熱安定化温度を上昇させる面からも得策であり、必要に応じて添加することができる。

【0031】更に、上記水性スラリーは一般的な方法で噴霧乾燥することができ、例えば向流式噴霧乾燥塔を用いて熱風温度200～300℃の条件で行うことができる。

【0032】次に、本発明の製造方法では、このようにして得られた乾燥粉体をアルカリビルダー及びバインダー成分とニーダーにて圧密捏和した後、この圧密体を破碎造粒する。

【0033】この場合、上記乾燥粉体の使用量は組成物全体の40～80%、特に50～70%とすることが好ましい。更に、アルカリビルダーの使用量は10～50%、好ましくは15～30%、また、バインダー成分の使用量は粉体総量に対して5～20%、特に6～16%とすることが望ましい。

【0034】また、本発明では、炭酸カリウムの存在下に上記乾燥粉体と他のアルカリビルダー及びバインダーを圧密捏和することが好ましく、これにより圧密捏和物の水分含有量を安定化させることができる。この炭酸カリウムの添加量は、組成物全体の3～15%、特に5～12%とすることが好ましく、添加量が3%に満たない

噴霧乾燥品組成：

α -スルホ脂肪酸メチルエステルのナトリウム塩 ($C_{12} \sim C_{18}$)	14部
ゼオライト	18部
硫酸ナトリウム	18部
亜硫酸ナトリウム	3部
セッケン	2部

と水分含有量を安定化することができない場合があり、15%を超えると粉碎時の微粉の発生量が増加し、収率が低下したり、洗浄性能が劣化したりする場合がある。なお、乾燥粉体に炭酸カリウムを添加して示差走査熱量計で測定すると、炭酸カリウム無添加では30℃前後に吸熱ピークが現れ、炭酸カリウムを3%以上添加した系ではこの30℃前後の吸熱ピークが60～65℃付近に現れ、炭酸カリウム添加量が5%を超える系では炭酸カリウムの結晶水由来と思われる110℃前後のピークも確認されることから、炭酸カリウムを上記範囲で添加することが、水分含有量が安定で粉碎時に粉碎機への付着の少ない圧密捏和物を得るために好適である。

【0035】本発明の製造方法において、上記乾燥粉体等の圧密捏和方法、更には得られる圧密体の破碎造粒方法に特に制限はなく、通常の方法及び条件を採用して行うことができる。具体的には、粉体の圧密捏和には、強力な剪断機能を有した連続ニーダーあるいはスクリー式前押し出し機等が、また破碎機としては、フィッツミル、スピードミル、コミニューター等のナイフカッター式のものが好ましい。

【0036】本発明において、その他の任意成分を添加する場合はその添加条件に制限はなく、通常の添加条件とすることができ、例えば漂白剤、酵素、顆粒柔軟剤などの特徴付与剤は造粒品に粉体混合することができる。

【0037】このようにして得られる洗剤組成物は、嵩密度が0.5g/cc以上であり、高嵩密度を有するものである。

【0038】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、製造時のハンドリング性が良好で高生産効率及び高収率に α -スルホ脂肪酸アルキルエステル又はその水溶性塩を主活性剤とする嵩密度0.5g/cc以上の高嵩密度洗剤組成物を製造することができ、得られる高嵩密度洗剤組成物は性能劣化がほとんどなく、非常に高品質である。

【0039】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、各例中の部はいずれも重量部、%はいずれも重量%である。

【0040】【実施例1】下記成分をスラリー水分40%、スラリーpH8になるように硫酸で調整した後、向流式噴霧乾燥機を用いて熱風温度230℃で水分5%まで噴霧乾燥させた。

【0041】

蛍光剤、ポリアクリル酸、その他

【0042】得られた噴霧乾燥粉体は、平均粒径350 μ m、嵩密度0.35g/cc、安息角45°で、流動性も良好であった。

【0043】次いで、上記噴霧乾燥粉体、 α -オレフィンスルホン酸カリウム(C₁₂~C₁₈)、青色色素を添加した非イオン界面活性剤(炭素数12~13の一級アル*

捏和物組成:

上記噴霧乾燥物	60部
α -オレフィンスルホン酸カリウムスラリー(有効成分70%)	3部
非イオン界面活性剤水溶液(有効成分84%)	4部
炭酸カリウム	8部
炭酸ナトリウム	12部
添加水	3部

【0045】なお、ニーダーのジャケットには5℃の冷水を流し、捏和熱等の除去を図った。得られた捏和物(ペレット)の温度は60℃であった。また、ニーダーの排出口に直径10mmの穴径を20個有する多孔板(厚さ10mm)を設置し、上記捏和物を直径10mm×20mmの円筒状ペレットとした。このペレットは均一な青色を呈しており、 α -スルホ脂肪酸メチルエステルのナトリウム塩等を含有する噴霧乾燥粉体と α -オレフィンスルホン酸カリウム、非イオン界面活性剤等とが均一に混合されていることが判った。

【0046】次に、得られたペレットを重量比で2倍量の15℃の冷却空気とともに破砕機(ホソカワミクロン製、フィツミルDKA-6)へと導入した。この時、同※

ポリエチレングリコール(有効成分60%)	0.3部
酵素(プロテアーゼ:リパーゼ=1/1)	1.0部
ゼオライト	2.5部
香料	0.2部

〔実施例2~6、比較例1~3〕噴霧乾燥品組成及び捏和物組成を表1、表2に示すように変更する以外は実施例1と同様にして高嵩密度洗剤組成物を得た。

【0048】上記実施例1~6、比較例1~3で得られた高嵩密度洗剤組成物の噴霧乾燥粉体及び得られた高嵩

2部

*コールのエチレンオキサイド25モル付加物)、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、添加水を下記配合割合で連続ニーダー(栗本鉄工所製・KRCニーダー#2型)に導入し、緻密で均一な捏和物を得た。

【0044】

※時に粉砕助剤として平均粒径20 μ m(一次粒径)の炭酸ナトリウムをペレット90部に対して6部添加した。また、破砕機は3000rpmで回転させ、スクリーンは180°パンチングメタル(パンチングメタルの穴径は1段目:直径12mm、2段目:直径6mm、3段目:直径2mmをそれぞれ使用)からなり、粉砕機を連続3段接続して第1段の粉砕機からの破砕物を第2段の破砕機に、次いで同様に第3段の破砕機に供給して能力500kg/hrで多段(3段)破砕を行った。このように破砕機を3段通過させた粉砕品を冷却空気から分離し、粉砕品96部に対して下記成分を添加して後処理を行い、高嵩密度洗剤組成物を得た。

【0047】

密度洗剤組成物(製品)の性能を表1及び表2に併記する。

【0049】

【表1】

		実 施 例					
		1	2	3	4	5	6
乾燥品組成(部)	α -SF *1	14	14	14	14	15	17
	ゼオライト	18	25	10	10	10	23
	硫酸ナトリウム	18	10	25	10	15	8
	亜硫酸ナトリウム	3	4	4	4	3	2
	炭酸ナトリウム	—	—	—	—	4	1
	脂肪酸ナトリウム	2	2	2	2	—	—
	蛍光剤、その他水	2	2	2	2	2	2
乾燥品性能	スラリー pH	8	8	8	8	9.5	9.8
	ジナトリウム塩(%) *2	4	4	4	4	5	4
	安息角(°)	45	45	45	45	45	45~50
	凝集性	良	良	良	良	良	良
捏和物組成(部)	乾燥品	60	60	60	44	51	55
	AOS-K *3	3	—	—	2	3	1
	非イオン界面活性剤 *4	4	4	3	3	2	4
	α -SF *1	—	3	3	1	—	2
	セッケン	—	—	2	1	1	—
	炭酸カリウム	8	8	8	10	8	10
	炭酸ナトリウム	12	12	12	15	12	15
	ゼオライト	—	—	—	10	10	—
製造性能	添加水	3	3	2	4	3	3
	運 転 状 況	問題なし	問題なし	問題なし	問題なし	問題なし	問題なし
	常 密 度 (g/cc)	0.90	0.92	0.91	0.91	0.89	0.90
	平 均 粒 径 (μ m)	400	390	410	390	420	410
	安息角(°)	45	45	45	40	45	45
	製品中のジナトリウム塩含有量(%) *2	6	6	6	6	6	6
	製品カラー(b値) *5	4	4	4	4	4	4

【0050】

【表2】

		比較例		
		1	2	3
乾燥品組成(部)	α-SF *1	15	20	18
	ゼオライト	15	5	10
	硫酸ナトリウム	2	15	10
	亜硫酸ナトリウム	2	3	—
	炭酸ナトリウム	—	—	12
	脂肪酸ナトリウム	2	2	—
	蛍光剤, その他	2	2	2
水		2	2	3
乾燥品性能	スラリー pH	8.5	8	11.3
	ジナトリウム塩(%) *2	4	4	21
	安息角(°)	測定不能	50~60	50
	凝集性	悪(ダマ化)	悪	良
捏和物組成(部)	乾燥品	—	49	55
	AOS-K *3	—	3	2
	非イオン界面活性剤 *4	—	4	1
	α-SF *1	—	—	2
	セッケン	—	—	2
	炭酸カリウム	—	9	10
	炭酸ナトリウム	—	12	5
	ゼオライト	—	10	10
添加水		—	3	3
製造性	運転状況	—	付着発生	問題なし
製品性能	嵩密度(g/cc)	—	0.92	0.93
	平均粒径(μm)	—	380	380
	安息角(°)	—	50~60	45~50
	製品中のジナトリウム塩含有量(%) *2	—	6	26
	製品カラー(b値) *5	—	4	18

*1 α-スルホ脂肪酸メチルエステルナトリウム塩 30

*2 α-スルホ脂肪酸ジナトリウム塩(α-スルホ脂肪酸メチルエステル塩に対する値)

*3 α-オレフィンスルホン酸カリウム

*4 青色色素を添加した非イオン界面活性剤(炭素数12~13の一級アルコールのエチレンオキサイド25モル付加物)

*5 反射率計を用いてb値を測定

【0051】表1, 2の結果より、本発明の製造方法で得られた高嵩密度洗剤組成物(実施例1~6)は、粉体物性及び外観に優れた高嵩密度の粒状洗剤であった。これらに対し、硫酸ナトリウムの添加量を極端に減らすと(比較例1)、乾燥粉体の凝集性が悪くなって製造不可能となり、また、ゼオライト量を極端に減らすと(比較例2)、乾燥粉体の凝集性及び安息角が悪くなり、粉碎工程においては付着が発生した。更に、アルカリビルダーである炭酸塩を多く乾燥品組成に配合すると(比較例3)、スラリーpHが高アルカリになり、乾燥品、製品中のα-スルホ脂肪酸ジナトリウム塩量が増え、製品としてのカラーが極端に悪くなることが確認された。次に実験例を示す。

【0052】〔実験例1〕実施例1と同様にして表3に示す成分のスラリーを噴霧乾燥して噴霧乾燥粉体を調製し、表3に示す捏和物成分を添加して緻密で均一な捏和物を得た。

【0053】この捏和物を円筒状ペレット(直径5mm×10mm)とし、微粉状炭酸ナトリウム6部とともに20℃の冷風空気のもと粉碎機(岡田精工社製スピードミルNO30型)に定量フィードした。粉碎機は径15cmの粉碎刃をクロス4段有しており、3000rpmで回転し、スクリーンは直径2mm、開孔率20%のパンチングメタルを用いた。

【0054】粉碎して得られた高嵩密度洗剤粒子に微粉ゼオライトを2.5部混合し、更に香料を噴霧、酵素を1.5部添加して高嵩密度洗剤組成物(製品)を調製した。得られた高嵩密度洗剤組成物の性状、性能等を表3に併記する。なお、溶解残渣及び固化性は下記方法で評価した。

【0055】溶解残渣: 5℃の水50mlを入れた1リットルビーカーに洗剤組成物を10g入れ、2分間置いた。更に5℃の水を950ml加え、定速スターラーを用いて250rpmの速度で8分間攪拌後、ナイロン布

でろ過し、未溶解物を80℃で1時間乾燥した後の重量を計った。この溶解残渣の百分率を求め、溶解残渣とした。

固化性：市販の加工紙性箱型サイズカートンに1.5kgの洗剤組成物を充填し、35℃、85%RHの条件下*

*に1ヵ月間放置した。その後、カートンを静かに開封し、4メッシュのふるいに出し、ふるい上に残存した量から固化性を判定した。

【0056】

【表3】

洗 剤 組 成 物 No.			比較例	実 施 例				比較例	実施例
			1	2	3	4	5	6	
組	噴霧乾燥成分	α-SF *1	14	14	14	14	14	14	
		脂肪酸ナトリウム *2	2	2	2	2	2	2	
		A 型 ゼ オ ラ イ ト	18	18	18	18	18	18	
		硫 酸 ナ ト リ ウ ム	18	18	18	18	18	18	
		亜硫酸ナトリウム	3	3	3	3	3	3	
		蛍光剤、その他	2	2	2	2	2	2	
		水	3	3	3	3	3	3	
成	捏和成分	AOS-K *3	3	3	—	—	3	3	
		AS *4	—	—	2	2	—	—	
		非イオン界面活性剤 *5	4	4	4	4	4	4	
		炭 酸 カ リ ウ ム	0	4	8	12	17	10	
		炭 酸 ナ ト リ ウ ム	20	16	12	8	3	10	
		添 加 水	3	3	4	4	3	3	
噴霧乾燥前の洗剤スラリーpH			8	8	8	8	8	8	
ジナトリウム塩量 *6	噴霧乾燥洗剤 (%)		4	4	4	4	4	4	
	製 品 (%)		6	6	6	6	6	6	
製 造 性	粉碎機への付着 *7		×	○	○	○	×	○	
製品性状	粒 度 (%)	16 # on	19	9	7	4	1.5	5	
		100 # pass	3	10	12	14	21	13	
製品性能	溶 解 残 素 (%)		8	3	3	5	15	5	
	固 化 性 (%)		×	○	○	○	○	○	

*1：α-スルホ脂肪酸（C₁₄～C₁₈）メチルエステルナトリウム塩

*2：脂肪酸（C₁₈～C₁₈）ナトリウム

*3：α-オレフィン（C₁₄～C₁₈）スルホン酸カリウム（有効成分70%）

*4：アルキル（C₁₀～C₁₄）硫酸ナトリウム

*5：C₁₂～C₁₃アルコールのエチレンオキサイド（20モル）付加物（有効成分84%）

*6：α-スルホ脂肪酸ジナトリウム塩

*7：粉碎機への付着

○：付着無し

△：スクリーン面積の10%以下に付着

×

【0057】表3の結果より、本発明の製造方法において乾燥品に炭酸カリウムを添加して造粒捏和、粉碎する

と、粉碎機への付着がほとんどなく、溶解残渣、固化性が良好であることがわかった。

【0058】【実験例2】実施例1と同様にして噴霧乾燥粉体を調製した後、噴霧乾燥粉体75部に対して表4、5に示すアルカリビルダーを所定量添加混合し、更に表4、5に示すバインダー成分を所定量（純分）添加し、ニーダーにて均一な捏和物を得た。このものを押出機で直径10mm×10～20mmのペレットとし、温度を30℃に制御して粉碎機（スピードミル、スクリーンは1.5mmのパンチングメタルを使用）で1kg/1分間で処理し、高嵩密度洗剤組成物を得た。この際の粉碎機への粉体の付着状態、得られた高嵩密度洗剤組成物の収率を表4、5に併記する。

【0059】

【表4】

洗 剤 組 成 物 No.		比 較 例		実 施 例				
		8	9	10	11	12	13	14
アルカリ 剤 (部)	炭 酸 カ リ ウ ム	10	10	10	10	10	7	7
	炭 酸 ナ ト リ ウ ム	15	15	15	15	15	18	18
	合 計	25	25	25	25	25	25	25
バ イ ン グ ー 部	α -SF *1							3
	AOS-K *2		3	2	2		4	3
	AES-Na *3					3		
	Dia 13 ($\bar{p}=15$) *4							
	Dia 13 ($\bar{p}=20$)			2.5	2.5			
	Dia 13 ($\bar{p}=25$)					3		
	Softanol 200 *5						2.5	
	ポリエチレングリコール 6000				2			
	PAS (分子量5000) *6							1.5
	PAS (分子量10000)						0.5	
	水 *7	3	1.3	1.3	1.5	2.0	3.0	4.8
	合 計	3	4.3	5.8	8.0	8.0	10.0	12.3
粉 砕 機 へ の 付 着 *8		○	○	○	○	○	○	○
収率 (14~150メッシュ) (%)		69	74	89	93	95	98	96

【0060】

【表5】

洗 剤 組 成 物 No.		実 施 例					比較例	
		15	6	17	18	19	20	21
アルカリ 剤 (部)	炭 酸 カ リ ウ ム	8	12	12	5	10	10	10
	炭 酸 ナ ト リ ウ ム	17	13	13	20	15	15	15
	合 計	25	25	25	25	25	25	25
バ イ ン ダ ー (部)	α -SF *1					3		
	AOS-K *2	5	5	3	6	6	5	6
	AES-Na *3			3				
	Dia 13 ($\bar{p}=15$) *4	3	3				3	
	Dia 13 ($\bar{p}=20$)			3	2	2.5		3
	Dia 13 ($\bar{p}=25$)							
	Softanol 200 *5				2			3
	ポリエチレングリコール 6000	2	2			1.5	2	
	PAS (分子量5000) *6			1.5	1			2
	PAS (分子量10000)							
	水 *7	4.7	8	6.0	7.0	5.8	11.0	7.0
	合 計	14.7	18.0	16.5	18.0	18.8	21.0	21.0
粉 砕 機 へ の 付 着 *8		○	○	○	○~△	○	×	×
収率 (14~150 メッシュ) (%)		94	84	92	85	88	25	37

*1: α -スルホ脂肪酸 ($C_{14} \sim C_{18}$) メチルエステル
ナトリウム塩

*2: α -オレフィン ($C_{14} \sim C_{18}$) スルホン酸カリウ
ム

*3: ポリオキシエチレンアルキル ($C_{10} \sim C_{18}$) 硫酸
ナトリウム (EO付加モル数1)

*4: 商品名 (C_{18} の一級アルコールにエチレンオキサ
イドを平均付加モル数15として付加したもの)

*5: 商品名 (日本触媒化学工業製; $C_{12} \sim C_{14}$ の2級
アルコールにエチレンオキサイドを平均EO付加モル数
20として付加したもの)

*6: ポリアクリル酸ナトリウム

*7: バインダー物質の含有する水分を含む

*8: 粉砕機への付着

○: スクリーンに付着無し

△: スクリーン面積の10%以下に付着

×: スクリーン面積の30%以上に付着

【0061】表3の結果より、バインダー成分としてア
ニオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、水溶性高分子
物質又は水を使用すると粉砕機への乾燥粒子の付着を防
止し得る上、高収率で高嵩密度洗剤組成物を得ることが
できるとわかった。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁵

C11D 3:12
3:04)

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

(72)発明者 田中 克典

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ
ン株式会社内